

## **Method of soldering rapidly oxidising metals, in particular aluminium, in vacuo or under a protective gas after prior removal of the oxide layer by amalgamation**

**Patent number:** DE3206809  
**Publication date:** 1983-02-17  
**Inventor:** TOELKE HANS-FRIEDRICH DIPL ING (DE)  
**Applicant:** TOELKE HANS FRIEDRICH DIPL ING  
**Classification:**  
**- International:** *B23K1/008; B23K1/19; B23K35/22; B23K1/008; B23K1/19; B23K35/22; (IPC1-7): B23K35/22; B23K1/00; B23K31/02*  
**- european:** B23K1/008; B23K1/19; B23K35/22  
**Application number:** DE19823206809 19820225  
**Priority number(s):** DE19823206809 19820225

**Report a data error here**

### **Abstract of DE3206809**

In order to solder rapidly oxidising metals, in particular aluminium, in vacuo or under a protective gas without using fluxes, reliably and with as few limitations as possible in relation to the design of the component and the application of solder, the firmly adhering and dense oxide layers are removed at the soldering points or areas in an amalgamation process and the mercury of the amalgam layer produced is then vaporised on heating the components to soldering temperature. This produces a contamination- and oxide-free metal surface which, because of the absence of oxygen in vacuo or in the protective gas, does not reoxidise, permits a good and satisfactory wetting by the solder and, consequently, the formation of a perfect solder seam.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑮ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 32 06 809 A 1**

⑤ Int. Cl. 3:  
**B 23 K 35/22**  
B 23 K 31/02  
B 23 K 1/00

⑳ Aktenzeichen:  
㉑ Anmeldetag:  
㉒ Offenlegungstag:

P 32 06 809.3  
25. 2. 82  
17. 2. 83

㉓ Anmelder:  
Tölke, Hans-Friedrich, Dipl.-Ing., 8000 München, DE

㉔ Erfinder:  
gleich Anmelder

DE 32 06 809 A 1

*Handwritten signature or stamp, possibly "Schulz"*

Vorgezogene Offenlegung gem. § 24 Nr. 2 PatG beantragt

⑤ **Verfahren zum Löten von schnelloxidierenden Metallen, insbesondere von Aluminium, im Vakuum oder unter Schutzgas nach vorheriger Beseitigung der Oxidschicht durch Amalgamierung**

Verfahren zum Löten von schnelloxidierenden Metallen, insbesondere von Aluminium, im Vakuum oder unter Schutzgas nach vorheriger Beseitigung der Oxidschicht durch Amalgamierung. Um schnelloxidierende Metalle, insbesondere Aluminium, im Vakuum oder unter Schutzgas ohne die Verwendung von Flußmitteln sicher und mit möglichst wenigen Einschränkungen hinsichtlich der Bauteilgestaltung und der Lotapplikation zu löten, werden die festhaftenden und dichten Oxidschichten in einem Amalgamierungsprozeß an den Lötstellen bzw. -flächen beseitigt und das Quecksilber der entstandenen Amalgamschicht anschließend beim Aufheizen der Bauteile auf Löttemperatur verdampft. Die dabei entstehende verunreinigungs- und oxidfreie Metalloberfläche, die wegen des Fehlens von Sauerstoff im Vakuum bzw. im Schutzgas nicht wieder oxidiert, läßt eine gute und problemlose Benetzung durch das Lot zu und somit die Ausbildung einer einwandfreien Lötnaht.

(32 06 809)

DE 32 06 809 A 1

2500-82

3206809

# P a t e n t a n s p r u c h

Verfahren zum Löten von schnelloxidierenden Metallen, insbesondere von Aluminium, im Vakuum oder unter Schutzgas, derart gekennzeichnet, daß die den Lötvorgang behindernde Oxidschicht auf den zu lötenden Bauteilen an den Lötstellen bzw. -flächen durch Amalgamierung und anschließende Verdampfung des Quecksilbers beseitigt wird.

B e s c h r e i b u n g :

Verfahren zum Löten von schnelloxidierenden Metallen, insbesondere von Aluminium, im Vakuum oder unter Schutzgas nach vorheriger Beseitigung der Oxidschicht durch Amalgamierung.

Die Erfindung betrifft ein Lötverfahren im Vakuum oder unter Schutzgas, bei dem - mit ansonsten beliebigen zur Anwendung kommenden Verfahrensschritten und -details - statt der Verwendung eines Flußmittels im eigentlichen Sinne eine Amalgamierung der Lötstellen bzw. -flächen vorgenommen und das Quecksilber dieser Amalgamschicht unmittelbar vor dem Lötvorgang beim Aufheizen der miteinander zu verbindenden Bauteile auf die Löttemperatur verdampft wird.

Besonders das Aluminium bietet wegen seiner hohen Affinität zum Sauerstoff und der Ausbildung einer festhaftenden, dichten Oxidschicht einige Probleme beim Löten, sodaß die bisher entwickelten Lötverfahren aus technischen Gründen oder wegen hoher Kosten häufig nicht angewendet werden oder angewendet werden können. So ist das Weichlöten von Aluminium nur in einigen wenigen Fällen angebracht, da die Lötstelle nur geringe Festigkeit aufweist und wegen der großen Potentialdifferenz zwischen Lot und Füge teil sehr zur Korrosion neigt. Das Problem der Korrosion ergibt sich auch beim Hartlöten mit Aluminiumbasisloten unter Verwendung von Flußmitteln. Deren Reste müssen, wenn sie auf der Basis hygroskopischer Chloride und Fluoride hergestellt wurden, nach dem Lötvorgang mit verdünnter Salpetersäure und / oder mit heißem Wasser entfernt werden. Das verursacht nicht nur erhebliche zusätzliche Kosten, sondern ist bei verwickelt aufgebauten Strukturen, wie z.B. Autokühlern, auch nicht mit der erforderlichen Sicherheit möglich. Rückstände eines Flußmittels auf der Basis nichthygroskopischer Fluoride können im allgemeinen auf dem Werkstück verbleiben, nur müssen dann die Lötstellen vor Nässe geschützt werden. Hierdurch ist der Anwendungsbereich dieser Flußmittel natürlich äußerst begrenzt.

Zur Vermeidung der oben kurz angesprochenen Probleme wurden Hartlötverfahren ohne Flußmittel entwickelt, die alle dadurch gekennzeichnet sind, daß der Sauerstoffzutritt zu den miteinander zu verlötenden Teilen verhindert wird. Das geschieht durch Verlegung des Aufheiz- und Lötvorgangs entweder in ein mit vertretbarem Aufwand herstellbares Vakuum von  $10^{-4}$  bis  $10^{-5}$  Torr oder in eine Schutzgasatmosphäre (Stickstoff, Argon, Wasserstoff oder Helium). Beim Löten im Vakuum läßt sich der restliche Sauerstoff mit Hilfe von Gettermetallen (u.a. Lithium, Magnesium und Kalzium) weitgehend beseitigen, wobei noch eine gewisse Reduktion des Aluminiumoxids bewirkt wird. Beide Verfahren basieren darauf, daß die Wärmeausdehnung von Aluminium etwa dreimal so groß ist wie die von Aluminiumoxid. Die Oxidhaut reißt daher bei Erwärmung auf und kann dann von flüssigem Metall unterwandert werden. Als beste Verbindungsform hat sich bei beiden Verfahren das Prinzip "Scharfe Kante auf lotplattiertes Blech" erwiesen, wobei die Verwendung neuentwickelter Lote mit niedrigeren Arbeitstemperaturen und besseren Fließ- und Benetzungseigenschaften angebracht ist (Aluminium - Taschenbuch, 13. Auflage, Aluminium - Verlag GmbH, Düsseldorf, 1974, S. 601 - 612). Bei neueren Verfahren wird die nach einem Beizvorgang verbleibende restliche Oxidschicht im Vakuum durch Ionenätzung abgetragen, woran sich dann der nach verschiedenen Methoden durchführbare eigentliche Lötvorgang im Vakuum oder unter Schutzgas anschließt (DT - OS 28 13 166 und DT - OS 29 08 829). Bei einem anderen Verfahren wird der Lötvorgang durch Zugabe von Brom zum Inertgas nach dem Aufheizen und dem Schmelzen des Lotes günstig beeinflusst. Das Brom wirkt in diesem Fall als Flußmittel, wobei keine festen Rückstände entstehen (DT - OS 28 29 553).

Die dem Stand der Technik entsprechenden Probleme und verfahrenstechnischen Einschränkungen, die entweder die Gestaltung, die Sicherheit oder die Kosten der zu produzierenden gelöteten Strukturen (Radiatoren, Autokühler, Komponenten von Flugzeugen etc.) ungünstig beeinflussen, lassen es wünschenswert erscheinen, weitere Verbesserungen oder neue Verfahrensschritte einzuführen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Beseitigung der die Lötung behindernden festhaftenden und dichten Oxidschichten (z.B. bei Aluminium und Titan) vollständig zu beseitigen und eine Neubildung bis zur Beendigung des Lötvorgangs zu verhindern.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die zu verlötenden Teile an den Lötstellen bzw. -flächen amalgamiert werden, wobei die im Einzelfall jeweils beste Methode des Amalgamierens zu wählen ist. Das Amalgamieren ist bei Zimmertemperatur leicht zu erreichen durch Anreiben mit Quecksilber oder mit Quecksilberchlorid in wäßriger Lösung ( $3 \text{ HgCl}_2 + 2 \text{ Al} \rightarrow 2 \text{ AlCl}_3 + 3 \text{ Hg}$ ). Es ist zu empfehlen, dieses bereits unter Schutzgas vorzunehmen. Wird es in der Normalatmosphäre, also unter Sauerstoffzutritt, vorgenommen, was prinzipiell auch möglich ist, so bilden sich auf der amalgamierten Fläche sehr schnell lose weiße Fasern aus Aluminiumoxidhydrat, da das im Quecksilber gelöste Aluminium an der Oberfläche des Amalgams leicht oxidiert und keine dichte und haftende Oxidschicht ausbilden kann. Wird ein so behandeltes Werkstück anschließend sofort in eine zu evakuierende Kammer oder in eine Schutzgasatmosphäre gebracht, wird dieser "Verbrennungsprozeß" wegen Sauerstoffmangels beendet und die Weiterverarbeitung kann vorgenommen werden wie in dem Fall, wo unter Schutzgas amalgamiert wurde. Beim nächsten Verfahrensschritt wird die in einer entsprechenden Vorrichtung positionierte und zu verlötende Struktur auf die Löttemperatur erwärmt. Hierbei ist die Wahl der Erwärmungsmethode, der Art des Schutzes vor Sauerstoffzutritt (Vakuum oder Schutzgas) und die des Hartlotes und seiner Applikation (z.B. lotplattiertes Blech oder Einlegelot; auch letzteres kann auf die geschilderte Weise von der Oxidschicht befreit werden) unabhängig vom Inhalt der Erfindung. In jedem Falle wird das Quecksilber (Siedetemperatur  $356,58^\circ\text{C}$  beim Druck von 760 Torr) des Amalgams verdampfen, bevor die Schmelztemperatur des Hartlotes erreicht ist und eine oxid- und verunreinigungsfreie Lötstelle bzw. -fläche hinterlassen. Hierbei ist es möglich, die Verdampfung des Quecksilbers so-

wohl für jeweils die Teile der zu erzeugenden Struktur einzeln vorzunehmen und diese anschließend zusammenzusetzen und zu löten, als auch, wenn diese bereits vollständig zusammengebaut wurden. Der Quecksilberdampf muß mit Hilfe einer Kühlfalle, die zwischen der Löt-kammer und der Vakuumpumpanlage (Löten im Vakuum) bzw. der Umwälzpumpe eines geschlossenen Schutzgaskreislaufs (Löten unter Schutzgas) eingeschaltet ist, als metallisches Quecksilber zurückgewonnen und so aus der Anlage entfernt werden. Eventuell noch auf den zu lötenden Teilen vorhandene  $\text{HgCl}_2$  - Reste (Siedepunkt  $302^\circ\text{C}$  beim Druck von 760 Torr), die bei der Erwärmung also ebenfalls verdampfen, und Reste des beim Amalgamieren entstandenen  $\text{AlCl}_3$  (Sublimationspunkt  $183^\circ\text{C}$  beim Druck von 760 Torr) werden hierbei gleichfalls entfernt.

Die mit der Erfindung erzielten Vorteile bestehen darin, daß das flußmittellose Hartlöten im Vakuum bzw. unter Schutzgas wegen der vollständig entfernten Oxidschicht an den Lötstellen bzw. -flächen erheblich sicherer in Hinblick auf die Qualität der Löt-nähte wird und einige Einschränkungen hinsichtlich der Gestaltung der zu lötenden Strukturen und auch hinsichtlich der Wahl der Lote und deren Applikation beseitigt werden.